

Изменение № 1 ГОСТ 6419—78 Реактивы. Магний углекислый основной водный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.03.88 № 762

Дата введения 01.10.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 2121 0350 10.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на см³, л на дм³.

Пункт 1.2. Таблица. Головку дополнить кодами: для чистого для анализа — ОКП 26 2121 0352,08; для чистого — ОКП 26 2121 0351 09;

графа «Наименование показателя». Пункты 4, 5 изложить в новой редакции:

«4. Массовая доля общего азота (N), %, не более;

5. Массовая доля общей серы (SO₄), %, не более;

графа «Чистый для анализа». Для показателя 4 заменить значение: 0,005 на 0,001.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед п. 3.1): «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании используют лабораторные весы по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 500 г и 1 кг.

Допускается применение импортной аппаратуры и лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных».

Пункт 3.2 изложить в новой редакции: «3.2. Определение массовой доли магния

Определение проводят по ГОСТ 10398—76. При этом около 0,1500 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336—82), растворяют в 15 см³ раствора соляной кислоты (ГОСТ 3118—77) с массовой долей 3,5 %, закрывая колбу часовым стеклом. После полного растворения препарата часовое стекло смывают дистиллированной водой и прибавляют около 90 см³ воды. Затем прибавляют 10 см³ буферного раствора 1, 0,10 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют из бюретки до перехода красновато-фиолетовой окраски и раствора в синюю.

Масса магния, соответствующая 1 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно $c(\text{ди-Na-ЭДТА}) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$, равна 0,001215 г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,7 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5 \%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункты 3.2.1, 3.2.2, 3.2.3 исключить.

Пункт 3.3. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «4,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336—82), прибавляют 100 см³ горячей дистиллированной воды (ГОСТ 6709—72), отмечают объем и кипятят 3 мин. Объем раствора доводят горячей водой до первоначального, перемешивают и фильтруют раствор горячим через обеззоленный фильтр «снятая лента».

50 см³ фильтрата (соответствуют 2 г препарата) помещают в платиновую (ГОСТ 6563—75) или кварцевую (ГОСТ 19908—80) чашку, предварительно про-

(Продолжение см. с. 300)

(Продолжение изменения к ГОСТ 6419—78)

каленную до постоянной массы и взвешенную (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), выпаривают на водяной бане досуха и прокаливают остаток при 500 °С до постоянной массы»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,02 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 20 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.4.1. Третий абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор с массовой долей 1,7 %»;

четвертый абзац исключить;

дополнить абзацами: «Пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Стакан В-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.4.2 до слова «затем» изложить в новой редакции: «30,00 г препарата помещают в стакан, прибавляют 120 см³ воды, прикрывают стакан часовым стеклом и осторожно прибавляют около 80—90 см³ соляной кислоты до полного растворения препарата»; заменить слова: «с погрешностью не более 0,0002 г» на «(результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 30 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.5 изложить в новой редакции: «3.5. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 1,00 г препарата квалификации чистый для анализа или 0,50 г препарата квалификации чистый помещают в колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82), прибавляют 20 см³ воды, 4 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, перемешивают до растворения препарата и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом, прибавляя 6,5 см³ раствора гидроокиси натрия вместо 5 см³.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса общего азота не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота анализ проводят фотометрическим методом».

Пункт 3.6. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 1,00 г препарата помещают в колбу (Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82), прибавляют 20 см³ воды, 0,1 см³ бромной воды (готовят по ГОСТ 4517—87), перемешивают и кипятят на электроплитке 2—3 мин. К горячему раствору осторожно по каплям прибавляют раствор соляной кислоты до полного растворения препарата и кипятят до удаления следов брома. Раствор охлаждают. Если раствор мутный, его фильтруют через обоз-

(Продолжение см. с. 301)

золенный фильтр «синяя лента», трижды промытый горячей водой. Затем раствор нейтрализуют по *n*-нитрофенолу (готовят по ГОСТ 4919.1—77) раствором аммиака (ГОСТ 3760—79) с массовой долей 10 %, доводят объем раствора водой до 50 см³ и перемешивают»;

второй абзац до слов «и далее» изложить в новой редакции: «25 см³ полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) отбирают пипеткой (2—2—25 по ГОСТ 20292—74), помещают в колбу (Кн-2—50(100)—22 ХС по ГОСТ 25336—82)»;

последний абзац. Заменить слово: «массы» на «массовой доли».

Пункт 3.7. Первый абзац до слова «помещают» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 1,00 г препарата»; после слова «*n*-нитрофенолу» дополнить словами: «(готовят по ГОСТ 4919.1—77)»;

второй абзац. Заменить слово: «содержание» на «масса»;

последний абзац. Заменить слово: «массы» на «массовой доли».

Пункт 3.8. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 0,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с метками на 40 или 50 см³), прибавляют 20 см³ воды и до растворения препарата раствор азотной кислоты с массовой долей 25 %. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», трижды промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Затем объем раствора доводят водой до 35 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 50 см³) или визуально-нефелометрическим (в объеме 40 см³) методом»;

последний абзац. Заменить слово: «массы» на «массовой доли».

Пункт 3.9.1. Первый абзац дополнить словами: «или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками»; семнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83»;

девятнадцатый, двадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Натрий сульфит 7-водный.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86»;

двадцать первый абзац. Заменить слова: «безводный по ГОСТ 83—63» на «по ГОСТ 83—79»;

двадцать второй абзац. Заменить слово: «метилгидрохиноновый» на «метолгидрохиноновый»;

двадцать третий абзац после значения 104 г дополнить словом: «5-водного»;

двадцать четвертый абзац. Исключить слово: «безводного»;

последний абзац после значения 500 г дополнить словом: «5-водного»;

Пункт 3.9.2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Головной образец с массовыми долями бария и кальция по 1 % (в пересчете на определяемый

(Продолжение см. с. 302)

элемент) готовят тщательным перетирианием в ступке в течение 1 ч 0,0140 г окиси кальция, 0,0110 г окиси бария и 0,9750 г водного основного углекислого магния»;

второй, третий абзацы. Заменить слово: «содержащий» на «с массовой долей» (3 раза).

Пункт 3.9.4. Предпоследний, последний абзацы изложить в новой редакции: «Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допустимое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 15 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.10. Первый абзац. Заменить слова: «0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «0,50 г препарата»; исключить слова: «(с меткой на 50 мл)»;

последний абзац. Заменить слово: «массы» на «массовой доли».

Пункт 3.11. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10485—75. При этом 0,50 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, прибавляют 10 см³ воды, 2 см³ раствора серной кислоты (при определении в серноокислой среде) или 3 см³ раствора соляной кислоты (при определении в солянокислой среде) и перемешивают до растворения препарата. Объем раствора доводят водой до 30 см³ и далее определение проводят методом с применением бромнортутной бумаги, в серноокислой или солянокислой среде»;

второй абзац. Заменить слово: «бумажки» на «бумаги» (2 раза);

последний абзац изложить в новой редакции: «При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят в серноокислой среде».

Пункт 3.12. Первый абзац. Заменить слова: «2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «2,00 г препарата».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 6—1»;

третий абзац дополнить группой: VI.

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие водного основного углекислого магния требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления».

Пункт 6.3. Исключить слово: «механической».